# LUBRICATING OIL COMPOSITION

Publication number: JP2000129281
Publication date: 2000-05-09

- abilication date: 2000-05-

Inventor: NAGATOMI ETSUSHI; BABA ZENJI; AOKI YUKIO

Applicant: SHOWA SHELL SEKIYU

Classification:

- international: C10M107/02; C10M171/00; C10M171/02; C10N20/02;

C10N30/02; C10N30/08; C10N30/10; C10N40/00; C10N40/02; C10N40/06; C10N40/08; C10N40/12; C10M107/00; C10M171/00; (IPC1-7): C10M171/00; C10M107/02; C10M171/02; C10N20/02; C10N30/02; C10N30/08; C10N30/10; C10N40/00; C10N40/02;

C10N40/06; C10N40/08; C10N40/12

- european:

Application number: JP19980301194 19981022 Priority number(s): JP19980301194 19981022

Report a data error here

### Abstract of JP2000129281

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a lubricating oil composition which contains, as a base oil, an oil having a high viscosity index, a high stability against oxidation and a high heat stability. SOLUTION: A lubricating oil composition uses a base oil wherein the total integral of signals having a chemical shift value, represented by the spectrum obtained through proton nuclear magnetic resonance spectroscopy, of 4.0 ppm or larger, is 0.5% of the total integral of all signals or smaller, the sulfur content is 0.2 wt.% or smaller and the kinematic viscosity at 40 deg.C is from 10 to 200 mm2s-1.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

4/5

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-129281 (P2000-129281A)

(43)公開日 平成12年5月9日(2000.5.9)

(51) Int.Cl.' C 1 0 M 171/00 107/02 171/02 // C 1 0 N 20: 02 30: 02	設別記号 FI デーマコート*(参考) C10M 171/00 4H104 107/02 171/02					
30.02	審査請求	未請求 請求項	質の数8 OL (全 7 頁	1) 最終頁に続く		
(21)出顧番号	特顏平10-301194 平成10年10月22日(1998.10.22)	(71) 出顧人 (72) 発明者 (72) 発明者	昭和シェル石油株式会社 東京都港区台場二丁目3 長富 悦史 東京都港区台場2丁目3 ル石油株式会社内	番2号		
		(74) 代理人		番2号 昭和シェ (外1名) 最終頁に続く		

# (54) 【発明の名称】 潤滑油組成物

# (57) 【要約】

【課題】 高い粘度指数、優れた酸化安定性および熱安 定性を有する油を基油とした潤滑油組成物の提供。

【解決手段】 プロトン核磁気共鳴分光法により得られたスペクトルで表される化学シフト値が4. Oppm以上のシグナルの総積分値が、全てのシグナルの総積分値の0.5%以下、硫黄含有率が0.2重量%以下であり、かつ40℃における動粘度が10~200mm²s⁻¹である基油を使用することを特徴とする潤滑油組成物。

PP05-0046-00WO-NM 10

20

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 プロトン核磁気共鳴分光法(以下 1 H - NMRと表示することがある)により得られたスペクトルで表される化学シフト値が4.0 p p m以上のシグナルの総積分値が、全てのシグナルの総積分値の0.5%以下、硫黄含有率が0.2重量%以下であり、かつ40℃における動粘度が2~320 mm²s<sup>-1</sup>である基油を使用することを特徴とする潤滑油組成物。

【請求項2】 粘度指数が75以上である請求項1記載の潤滑油組成物。

【請求項3】 酸化防止剤を含有するものである請求項1~2いずれか記載の潤滑油組成物。

【請求項4】 圧縮機用潤滑油組成物として使用するものである請求項1~2いずれか記載の潤滑油組成物。

【請求項5】 油圧作動油組成物として使用するものである請求項1~2いずれか記載の潤滑油組成物。

【請求項6】 歯車油組成物として使用するものである 請求項1~2いずれか記載の潤滑油組成物。

【請求項7】 タービン油組成物として使用するもので ある請求項1〜2いずれか記載の潤滑油組成物。

【請求項8】 軸受油組成物として使用するものである 請求項1~2いずれか記載の潤滑油組成物。

【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、滑油組成物に関 し、詳しくは特に酸化安定性、熱安定性に優れ、かつ、 温度による粘度変化が少ない潤滑油組成物に関する。

#### [0002]

【従来の技術】近年、産業機械の圧縮装置や油圧装置の小型高性能化に伴い、過酷な条件と長期の使用に耐え、省エネルギーを可能にし、公害問題を持たない高性能潤滑油が要求されるようになってきた。このため、種々の高性能潤滑油基油と添加剤を組合わせた処方が要求されている。

【0003】従来の圧縮機用潤滑油や油圧作動油に使用される基油組成としては、一般的に鉱油系基油が用いられる。通常、各種溶剤精製もしくは軽度の水素精製される鉱油系基油にはパラフィン分、ナフテン分などの飽和炭化水素と、芳香族化合物などのアロマ分が含まれ、またこれらの炭化水素化合物の中には硫黄元素、窒素元素 40 および/または酸素元素が結合した含硫黄系化合物、含窒素化合物および/または含酸素化合物が含まれている。また、前記芳香族化合物の中には縮合多環芳香族炭化水素と非縮合多環芳香族炭化水素化合物が含まれていることがわかっている。

【0004】圧縮機用潤滑油や油圧作動油に、パラフィン分以外の化合物が多量に含まれる基油を使用した場合、十分な酸化安定性および熱安定性が得られず、高性能な圧縮装置や油圧装置の性能を最大限に活用することが困難となる。

#### [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高い 粘度指数、優れた酸化安定性および熱安定性を有する油 を基油とした潤滑油組成物を提供する点にある。

#### [0006]

【発明が解決するための手段】本発明者らは、上記問題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、特定の組成および性状を有する潤滑油基油が高い粘度指数、優れた酸化安定性および熱安定性を有することを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】即ち、本発明は、プロトン核磁気共鳴分光法(以下 <sup>1</sup> H-NMRと表示することがある)により得られたスペクトルで表される化学シフト値が4.0 p p m以上のシグナルの総積分値が、全てのシグナルの総積分値の0.5%以下、硫黄含有率が0.2重量%以下であり、かつ40℃における動粘度が2~320mm² s<sup>-1</sup> 好ましくは8~220mm² s<sup>-1</sup> である基油を使用することを特徴とする潤滑油組成物に関する。

【0008】前記基油は、溶剤精製基油、水素化精製基油、高度水素化分解基油などの単独あるいは混合物である。高度水素化分解基油とは、溶剤脱蝋によって分離される素蝋(スラックワックス)を原料として、これを触媒下の水添分解(接触分解)により直鎖パラフィンを分枝パラフィンに異性化することで得られる粘度指数130以上(典型的には145~155)を有する潤滑油基油である。

【0009】前記基油の40°Cにおける動粘度が2mm  $^2$  s  $^{-1}$  未満では、潤滑性が低下して耐焼き付き性が劣り、また320mm  $^2$  s  $^{-1}$  以上では粘性による抵抗が大きくなり、機械の省エネルギーの観点から好ましくない。

【0010】 1 H-NMRにより得られたスペクトの化学シフト値が4. 0 p p m以上のシグナルの総面積が、全てのシグナルの総面積の0. 5%以上、硫黄含有率が0. 2重量%以上である基油を用いると、潤滑油の酸化安定性および熱安定性が悪化するので好ましくない。

【0011】粘度指数については75以上、好ましくは100以上である。粘度指数が75未満では、低温における始動性が悪くなり、潤滑油の基油としては好ましくない。

【 O O 1 2 】本発明の基油としては、前述した性状を有するものであれば、鉱油、炭化水素系合成基油、エチレン/プロピレン共重合体ポリマー等のあらゆる基油を単独でまたは混合して用いることができる。

50 【0013】本発明では前記基油に、必要に応じて通常

30

使用される種々の添加剤を適宜使用できる。これらに は、酸化防止剤、金属不活性剤、極圧剤、油性向上剤、 消泡剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、滑浄分散剤、 防錆剤、抗乳化剤等を挙げることができる。

【〇〇14】本発明において使用する酸化防止剤として は、潤滑油に使用されるものが実用的には好ましく、フ ェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤、硫黄系酸 化防止剤を挙げることができる。

【OO15】前記アミン系酸化防止剤としては、p. p'ージオクチルージフェニルアミン(精工化学社製: ノンフレックスOD-3)、p, p'ージーαーメチル ベンジルージフェニルアミン、Nーpーブチルフェニル -N-p'-オクチルフェニルアミンなどのジアルキル ージフェニルアミン類、モノーtーブチルジフェニルア ミン、モノオクチルジフェニルアミンなどのモノアルキ ルジフェニルアミン類、ジ(2、4ージエチルフェニ ル) アミン、ジ(2ーエチルー4ーノニルフェニル)ア ミンなどのピス(ジアルキルフェニル)アミン類、オク チルフェニルー1ーナフチルアミン、Nーtードデシル フェニルー1ーナフチルアミンなどのアルキルフェニル 20 - 1-ナフチルアミン類、1-ナフチルアミン、フェニ ルー1ーナフチルアミン、フェニルー2ーナフチルアミ ン、N-ヘキシルフェニルー2-ナフチルアミン、N-オクチルフェニルー2ーナフチルアミンなどのアリール ーナフチルアミン類、N, N'ージイソプロピルーpー フェニレンジアミン、N, N'ージフェニルーpーフェ ニレンジアミンなどのフェニレンジアミン類、フェノチ アジン(保土谷化学社製:Phenothiazin e)、3、7ージオクチルフェノチアジンなどのフェノ チアジン類などが挙げられる。

【0016】硫黄系酸化防止剤としては、ジドデシルサ ルファイド、ジオクタデシルサルファイドなどのジアル キルサルファイド類、ジドデシルチオジプロピオネー ト、ジオクタデシルチオジプロピオネート、ジミリスチ ルチオジプロピオネート、ドデシルオクタデシルチオジ プロピオネートなどのチオジプロピオン酸エステル類、 2-メルカプトベンゾイミダゾールなどが挙げられる。 【0017】フェノール系酸化防止剤としては、2-t ーブチルフェノール、2-t-ブチル-4-メチルフェ ノール、2 - t - ブチル-5 - メチルフェノール、2 . 4-ジーtーブチルフェノール、2, 4-ジメチルー6 ー t ーブチルフェノール、2 ー t ーブチルー4ーメトキ シフェノール、3ーtーブチルー4ーメトキシフェノー ル、2、5-ジーt-ブチルヒドロキノン(川口化学社 製:アンテージDBH)、2,6-ジーt-ブチルフェ ノール、2,6ージーtーブチルー4ーメチルフェノー ル、2,6-ジーt-ブチルー4-エチルフェノールな どの2,6ージーtーブチルー4ーアルキルフェノール 類、2,6-ジーtーブチルー4-メトキシフェノー ル、2, 6-ジーt-ブチルー4-エトキシフェノール 50 ル)ブタン(吉富製薬社製:ヨシノックス 930)、

などの2. 6ージーtーブチルー4ーアルコキシフェノ ール類、3,5ージーtーブチルー4ーヒドロキシベン ジルメルカプトーオクチルアセテート、nーオクタデシ ルー3ー(3,5ージーtーブチルー4ーヒドロキシフ ェニル)プロピオネート(吉窩製薬社製:ヨシノックス SS)、n-ドデシル-3-(3,5-ジーt-ブチ ルー4ーヒドロキシフェニル)プロピオネート、2'ー エチルヘキシルー3ー (3, 5-ジーt-ブチルー4-ヒドロキシフェニル)プロピオネートなどのアルキルー 3-(3, 5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニ ル) プロピオネート類、2,6-ジーt-ブチルーα-ジメチルアミノーpークレゾール、2, 2'ーメチレン ビス(4ーメチルー6ーtーブチルフェノール)(川口 化学社製:アンテージW-400)、2,2'ーメチレ ンピス(4-エチルー6-t-ブチルフェノール)(川 口化学社製:アンテージW-500) などの2.2'-メチレンビス(4ーアルキルー6ーtーブチルフェノー ル)類、4,4'ープチリデンビス(3-メチルー6t-ブチルフェノール) (川口化学社製:アンテージW -300)、4, 4'ーメチレンピス(2, 6ージーt ーブチルフェノール) (シェル・ジャパン社製: Ion ox 220AH)、4,4'-ビス(2,6-ジ-t ーブチルフェノール)、2,2-(ジーp-ヒドロキシ フェニル)プロパン(シェル・ジャパン社製:ビスフェ ノールA)、2、2ービス(3、5ージーtーブチルー 4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4,4'-シクロ ヘキシリデンビス (2, 6-t-ブチルフェノール)、 ヘキサメチレングリコールビス [3-(3,5-ジーt ーブチルー4ーヒドロキシフェニル)プロピオネート] (チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製: Irgan ox L109)、トリエチレングリコールピス[3-(3-t-ブチルー4-ヒドロキシー5-メチルフェニ ル)プロピオネート] (吉富製薬社製:トミノックス) 917)、2, 2'ーチオー[ジエチルー3ー(3, 5 ージー t ーブチルー 4 ーヒドロキシフェニル) プロピオ ネート] (チパ・スペシャルティ・ケミカルズ社製: I rganox L115)、3, 9-ビス {1, 1-ジ メチルー2ー [3-(3-t-ブチルー4-ヒドロキシ -5-メチルフェニル)プロピオニルオキシ]エチル 2、4、8、10ーテトラオキサスピロ[5、5]ウン デカン(住友化学:スミライザーGA80)、4、4′ ーチオピス (3-メチルー6-t-ブチルフェノール) (川口化学社製:アンテージRC)、2,2'ーチオビ ス(4,6-ジーtーブチルーレゾルシン)などのビス フェノール類、テトラキス[メチレン-3-(3,5-ジー t ーブチルー 4 ーヒドロキシフェニル) プロピオネ ート] メタン (チパ・スペシャルティ・ケミカルズ社) 製: Irganox L101)、1, 1, 3-トリス (2-メチル-4-ヒドロキシ-5-t-ブチルフェニ

特開2000-129281

20

1, 3, 5-トリメチルー2, 4, 6-トリス(3, 5
ージーtーブチルー4ーヒドロキシベンジル) ベンゼン
(シェル・ジャパン社製: Ionox330)、ビスー
[3, 3'ービスー(4'ーヒドロキシー3'ーtーブ
チルフェニル) ブチリックアシッド] グリコールエステル、2-(3', 5'ージーtーブチルー4ーヒドロキシフェニル) メチルー4ー(2", 4"ージーtーブチルー3"ーヒドロキシフェニル) メチルー6ーtーブチルフェノール、2, 6ービス(2'ーヒドロキシー3'ーtーブチルー5'ーメチルーベンジル)ー4ーメチル
フェノールなどのポリフェノール類、pーtーブチルフェノールとホルムアルデヒドの縮合体、pーtーブチルフェノールと下とアルデヒドの縮合体などのフェノールアルデヒド縮合体などが挙げられる。

【0018】リン系酸化防止剤として、トリフェニルフォスファイト、トリクレジルフォスファイトなどのトリアリールフォスファイト類、トリオクタデシルフォスファイト、トリデシルフォスファイトなどのトリアルキルフォスファイト類、トリドデシルトリチオフォスファイトなどが挙げられる。

【0019】これらの酸化防止剤は、基油100重量部に対して、0.01~5.0重量部の範囲で単独又は複数組み合わせて使用できる。

【0020】本発明の組成物と併用できる金属不活性剤 としては、ベンゾトリアゾール、4-メチルーベンゾト リアゾール、4ーエチルーベンゾトリアゾールなどの4 -アルキル-ベンゾトリアゾール類、5-メチルーベン ゾトリアゾール、5ーエチルーベンゾトリアゾールなど の5-アルキルーベンゾトリアゾール、1-ジオクチル アミノメチルー2. 3ーベンゾトリアゾールなどの1ー 30 アルキルーベンゾトリアゾール類、1-ジオクチルアミ ノメチルー2、3ートルトリアゾールなどの1ーアルキ ルートルトリアゾール類等のベンゾトリアゾール誘導 体、ベンゾイミダゾール、2- (オクチルジチオ) ーベ ンゾイミダゾール、2-(デシルジチオ)-ベンゾイミ ダゾール、2-(ドデシルジチオ)-ベンゾイミダゾー ルなどの2-(アルキルジチオ)ーベンゾイミダゾール 類、2- (オクチルジチオ) ートルイミダゾール、2-(デシルジチオ) ートルイミダゾール、2-(ドデシル ジチオ) ートルイミダゾールなどの2-(アルキルジチ 40 オ)ートルイミダゾール類等のペンゾイミダゾール誘導 体、インダゾール、4-アルキルーインダゾール、5-アルキルーインダゾールなどのトルインダゾール類等の インダゾール誘導体、ベンゾチアゾール、2ーメルカプ トベンゾチアゾール誘導体(千代田化学社製:チオライ トB-3100)、2-(ヘキシルジチオ)ペンゾチア ゾール、2-(オクチルジチオ) ベンゾチアゾールなど の2-(アルキルジチオ)ベンゾチアゾール類、2-(ヘキシルジチオ) トルチアゾール、2-(オクチルジ チオ) トルチアゾールなどの2-(アルキルジチオ) ト 50

ルチアゾール類、2-(N, N-ジエチルジチオカルバ ミル) ベンゾチアゾール、2-(N, N-ジブチルジチ オカルバミル) -ベンゾチアゾール、2-(N, N-ジ ヘキシルジチオカルバミル)-ベンゾチアゾールなど2 — (N. N-ジアルキルジチオカルバミル)ベンゾチア ゾール類、2-(N. N-ジエチルジチオカルバミル) トルチアゾール、2-(N, N-ジブチルジチオカルバ ミル) トルチアゾール、2-(N, N-ジヘキシルジチ オカルバミル)トルチアゾールなどの2-(N. N-ジ アルキルジチオカルバミル)-トルゾチアゾール類等の ベンゾチアゾール誘導体、2-(オクチルジチオ)ベン ゾオキサゾール、2-(デシルジチオ)ベンゾオキサゾ ール、2-(ドデシルジチオ)ベンゾオキサゾールなど の2-(アルキルジチオ)-ベンゾオキサゾール類、2 - (オクチルジチオ) トルオキサゾール、2- (デシル ジチオ) トルオキサゾール、2-(ドデシルジチオ)ト ルオキサゾールなどの2-(アルキルジチオ)トルオキ サゾール類等のペンゾオキサゾール誘導体、2,5ービ ス (ヘプチルジチオ) -1, 3, 4-チアジアゾール、 2, 5ービス (ノニルジチオ) -1, 3, 4ーチアジア ゾール、2、5ービス(ドデシルジチオ)-1、3、4 ーチアジアゾール、2.5ービス(オクタデシルジチ オ) -1, 3, 4-チアジアゾールなどの2, 5ービス (アルキルジチオ)-1,3,4-チアジアゾール類、 2, 5-ビス (N. N-ジエチルジチオカルバミル) -1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス(N, N-ジブチルジチオカルバミル)-1,3,4-チアジアゾ ール、2.5-ビス (N.N-ジオクチルジチオカルバ ミル) -1, 3, 4ーチアジアゾールなどの2, 5ービ ス(N, N-ジアルキルジチオカルバミル)-1,3, 4-チアジアゾール類、2-N、N-ジブチルジチオカ ルバミルー5ーメルカプトー1、3、4ーチアジアゾー ル、2-N、Nージオクチルジチオカルバミルー5-メ ルカプト-1、3、4-チアジアゾールなどの2-N. N-ジアルキルジチオカルバミル-5-メルカプトー 1、3、4ーチアジアゾール類等のチアジアゾール誘導 体、1-ジ-オクチルアミノメチル-2, 4-トリアゾ ールなどの1-アルキル-2, 4-トリアゾール類等の トリアゾール誘導体などが挙げられる。

【0021】これらの金属不活性剤は、基油100重量 部に対して、0.01~0.5重量部の範囲で単独又は 複数組み合わせて使用できる。

【0022】消泡剤として使用されるものは、例えばジメチルポリシロキサン、ジエチルシリケート、フルオロシリコーン等のオルガノシリケート類、ポリアルキルアクリレート等の非シリコーン系消泡剤が挙げられる。その添加量は、基油100重量部に対して、0.0001~0.1重量部の範囲で単独又は複数組み合わせて使用できる。

【〇〇23】粘度指数向上剤としては、例えばポリメタ

クリレート類やエチレンープロピレン共重合体、スチレンージェン共重合体、ポリイソブチレン、ポリスチレンなどのオレフィンポリマー類等の非分散型粘度指数向上剤や、これらに含窒素モノマーを共重合させた分散型粘度指数向上剤等が挙げられる。その添加量は、基油100重量部に対して、0.05~20重量部の範囲で使用できる。

【0024】流動点降下剤としては、例えばポリメタクリレート系のポリマーが挙げられる。その添加量は、基油100重量部に対して、0.01~5重量部の範囲で 10使用できる。

【0025】清浄分散剤としては、例えば中性または塩基性のアルカリ土類金属スルホネート、アルカリ土類金属フェネート、アルカリ土類金属サリシレート、アルカリ土類金属ホスホネート等の金属系清浄剤や、アルケニルコハク酸イミド、アルケニルコハク酸エステル、ベンジルアミンもしくはそのホウ素化合物、硫黄化合物等による変性品等の無灰分散剤等が挙げられる。その添加量は、基油100重量部に対して、0.01~1重量部の範囲で単独又は複数組み合わせて使用できる。

【0026】極圧剤、油性向上剤としては、ジアルキル サルファイド、ジベンジルサルファイド、ジアルキルポ リサルファイド、ジベンジルジサルファイド、アルキル メルカプタン、ジベンゾチオフェン、2,2'ージチオ ピス(ベンゾチアゾール)等の硫黄系極圧剤、トリアル キルフォスフェート、トリアリールフォスフェート、ト リアルキルフォスフォネート、トリアルキルフォスファ イト、トリアリールフォスファイト、ジアルキルハイド ロゼンフォスファイト、トリアルキルトリチオフォスフ ァイト、ジアルキルジチオフォスフェート、トリアリー 30 ルフォスフォロチオネート等のリン系極圧剤、脂肪酸ア ミド類、脂肪酸エステル類等の脂肪族系油性向上剤、1 ~3級のアルキルアミン、アルキレンオキサイド付加の アルキルアミン類等のアミン系油性向上剤が挙げられ る。これらの極圧剤、油性向上剤は、基油100重量部 に対して、0.1~2重量部の範囲で単独又は複数組み 合わせて使用できる。

【0027】防鎖性能は、ほとんどの場合は本発明の組成物の添加で十分な効果が発揮できるが、使用環境に応じて更なる防鎖性能が必要な時には、石油スルホネート、アルキルベンゼンスルホネート、ジアルキルナフタレンスルホネート、Nーアルキルサルコシン酸類、アルキレートフェノオキシ酢酸類、イミダゾリン類、キング・インダストリー社製K-Corr100およびそのアルカリ土類金属塩類またはそのアミン塩、特開平6-20268に記載されたNーアシルーNーアルコキシアルキルアスパラギン酸エステル類、EP0801116属塩類等がアルカリ土類金属塩混入時のろ過特性をそこな塩類等がアルカリ土類金属塩混入時のろ過特性をそこなることなく使用できる。これらの防線剤は、単独又は複

数組み合わせて基油 100 重量部に対して、0.01~2 重量部の範囲で使用できる。

【0028】抗乳化剤としては、通常潤滑油添加剤として使用される公知のものが挙げられる。その添加量は、基油100重量部に対して、0.0005~0.5重量部の範囲で使用できる。

【0029】また、本発明の潤滑油組成物は、圧縮機油 組成物および油圧作動油組成物として特に好適に用いら れるものである。しかし、その他の用途、例えば、歯車 油組成物、タービン油組成物、軸受油組成物としても有 用である。

#### [0030]

20

40

【実施例】以下、本発明を実施例およ比較例により更に 具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例により何 等制限されるものではない。

【0031】実施例および比較例に用いた基油の性状を表1に示し、実施例および比較例に用いた圧縮機用潤滑油の組成およびこれら組成物の性能評価結果を表2に示し、油圧作動油の組成およびこれらの組成物の性能評価結果を表3に示した。なお、表1中の「NMRパラメータ」は、各基油の1H-NMRにより得られたスペクトルで表される化学シフト値が4.Oppm以上のシグナルの総積分値の、全てのシグナルの総積分値に対する割合の百分率である。使用した基油のこれら潤滑油組成物の性状および性能は、以下に示す性状試験および性能評価試験により評価した。

【0032】(40℃および100℃における動粘度および粘度指数) JIS K 2283に規定される試験法により測定した。なお動粘度はウベローデ粘度計により測定した。

(基油の<sup>1</sup> H-NMRのスペクトル)日本電子データム株式会社製 フーリエ変換 核磁気共鳴分光計GSX400を用い、重クロロホルム(99.8 atom%D)溶媒中、濃度を3重量%に調整した試料をテトラメチルシランの化学シフト値を基準として測定し、ピーク面積は、前述分光計付属のデータ解析プログラムにより、積算を128回行って測定した。

(基油の硫黄分) JIS K 2541 6に規定される、放射線式励起法により測定した。

(酸化安定性試験 1) JIS K 2514 3.2に規定されるタービン油酸化安定度試験 (TOST) に準拠し、表2に示した圧縮機用潤滑油については、試料油の全酸価の上昇が2mg KOHg<sup>-1</sup>に達するまでの95℃における時間(寿命)を測定し、表3に示した油圧作動油については、試料油の全酸価の上昇が1mg KOHg<sup>-1</sup>に達するまでの95℃における時間(寿命)を測定した。

A 1号に記載されたリン酸エステルのアルカリ土類金属 (酸化安定性試験2) JIS K 2514 3.3に 塩類等がアルカリ土類金属塩混入時のろ過特性をそこな 規定される回転ボンベ式潤滑油酸化安定度試験(RBO うことなく使用できる。これらの防錆剤は、単独又は複 50 T)に準拠し、150℃における酸化寿命を測定した。

(熱安定性試験) 米国の工作機械メーカーであるシンシ ナティー・ミクロン社の潤滑油購入規格(10-SP-80160-3)に規定された熱安定性試験法(A法) に準拠して、触媒として鉄棒と銅棒を200mlの試料 油中に浸漬させて135℃のオーブン中で168時間放 置した後、8μm孔径のメンブランフィルタで試料油を ろ過して、発生したスラッジの重量を測定した。また、 試験後の試料油の色相をASTM D1500-91に 規定される方法で測定した。

(シェル4球耐摩耗試験) 試料油の耐摩耗性を評価する 10 【0033】 ため、ASTM D4172-88に準拠して、初期油

温75℃、軸回転数1800rpm、荷重40kgf、 試験時間1時間の条件で試験を行ない、試験球に生成し た摩耗痕の直径を測定した。

(FZG歯車試験) 試料油の歯車装置に対する潤滑性能 を評価するため、ISO/WD14635一1に準拠し て、試験歯車Aを用いて、初期油温90℃、モーター回 転数1450 r pmの条件で各荷重段階毎に15分の運 転を行い、荷重段階を増加させながら試験歯車の歯面に 焼き付きが発生するまでの荷重段階を測定した。

【表 1 】

基油	A	В	С	D (±)	E	F	G
色相 (ASTM)	L0. 5	0.5	L1.0				
動粘度@40℃ (mm²s⁻¹)	31.9	31.0	28. 7	31.2	31. 5	31. 2	30. 9
動粘度@100℃ (mm²s⁻¹)	5. 43	6. 02	5. 67	5. 98	5. 45	5. 24	5. 32
粘度指数	105	144	142	140	108	98	104
NMRパラメータ (%)	0. 10	0. 12	0. 31	0. 12	0. 93	1. 00	1. 12
硫黄分 (wt%)	0.00	0.00	0.14	0.00	0.42	0. 58	0.56

注)基油Dはポリアルファーオレフィンを含む

[0034]

【表2】

	実施例				比較例			
	1	2	3	4	1	2	3	
基油	A	В	С	D	E_	F	G	
組成 (重量%)								
フェニルーαーナフ	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	
チルアミン								
4, 4' ーメチレンと ス(2, 6-	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	
ジーtーブチルフェノール〉								
ベンソトリアゾール	0.05	0. 05	0.05	0.05	0. 05	0.05	0. 05	
アルケニルコハク酸	0.05	0. 05	0.05	0.05	0. 05	0.05	0. 05	
イミド							'	
ポリメタクリレート	0. 20	0. 20	0.20	0. 20	0. 20	0. 20	0. 20	
基油	残	残	残	残	残	殘	残	
40℃における動粘度	32. 7	31.8	29. 3	32.0	32. 3	32. 0	31.8	
(mm²s-1).								
100℃における動粘	5. 53	6. 13	5. 76	6.09	5. 55	5. 34	5. 43	
度(mm²s-1)								
粘度指数	105	144	143	141	109	99	105	
基油のNMR	0.10	0.12	0.31	0.12	0. 93	1.00	1. 12	
パラメータ (%)								
TOST (時間)	8200	9600	6200	9200	3100	1650	2400	
RBOT (分)	1935	2320	1850	2250	790	560	460	
熟安定性試験								
スラッジ量(mg)	1	1	4	1	30	45	36	
色相 (ASTM)	2. 5	2. 5	3.0	2.5	L8. 0	>8_	L8. 0	

[0035]

【表3】

	突旋例				比較例			
	5	6	7	8	4	5	6	
基油	Α	В	С	D	E	F	G	
組成 (重量%)								
4, 4' - 15vyt x(2, 6-y	0. 15	0. 15	0. 15	0. 15	0. 15	0. 15	0. 15	
ーtーブ <i>・チルフェノール</i> )								
ジアルキルジチオホス	0. 25	0. 25	0. 25	0. 25	0. 25	0. 25	0. 25	
フェート						l	1	
トリアリールフォスフ	0. 40	0. 40	0.40	0.40	0. 40	0.40	0.40	
オロチオネート					ŀ			
ベンソトリアソール	0. 07	0. 07	0. 07	0. 07	0. 07	0. 07	0. 07	
ポリメタクリレート	0. 20	0.20	0. 20	0. 20	0. 20	0. 20	0. 20	
基油		茂	残	残	茂	残		
40℃における動粘度	32. 4	31.5	29. 1	31. 7	32.0	31. 7	31. 4	
(m²s-1)								
100℃における動粘度	5. 52	6. 02	5. 76	6.08	5. 54	5. 33	5.41	
(mm²s-1)								
粘度指数	107	140	144	142	110	100	107	
基油のNMR	0.10	0. 12	0. 31	0. 12	0. 93	1.00	1. 12	
パラメータ (%)								
TOST (時間)	8200	8500	7600	9400	2300	3900	4300	
RBOT (分)	210	270	200	285	135	145	140	
熟安定性試験					i			
スラッジ量(mg)	6	4	9	3	47	35	38	
色相 (ASTM)	L3. 5	2. 5	3. 5	2. 5	>8. 0	L8. 0	L8. 0	
シェル4球耐摩耗試験								
摩耗痕径(mm)	0. 55	0.60	0. 53	0. 59	0. 55	0.65	0.62	
FZG歯車試験								
焼き付きステージ	11	11	11	11	11	11	11	

【0036】比較例1、2、3と実施例1、2、3の比 較により、NMRパラメータが0.5%以下に調節して、 なる鉱油系基油と酸化防止剤を組み合わせることによ り、圧縮機用潤滑油の酸化安定性および熱安定性を著し く向上させることを示している。また、比較例4、5、 6と実施例5、6、7の比較により、NMRパラメータ が 0. 5%以下に調節してなる鉱油系基油と酸化防止剤 30 性および熱安定性を有する油を基油とした潤滑油組成物 を組み合わせることにより、油圧作動油の酸化安定性お よび熟安定性を著しく向上させることを示している。

【0037】実施例4および8により、 NMRパラメ 一夕が0. 5%以下に調節してなる鉱油系基油と合成油 を適宜割合で混合したものを用いても、本目的を達成す ることができることを示す。

## [0038]

【効果】本発明により、髙い粘度指数、優れた酸化安定 を提供することができた。

# フロントページの続き

C10N 30:08 30:10 40:00 40:02

(51) Int. CI. 7

40:06 40:08 40:12 FΙ

テーマコード(参考)

## (72) 発明者 青木 幸雄

東京都港区台場2丁目3番2号 昭和シェ ル石油株式会社内

識別記号

Fターム(参考) 4H104 BA02A DA02A EA02A EA30A EB09 LA01 LA04 LA05 PA01 PA02 PA05 PA07 PA09 PA20 THIS PAGE BLANK (USPTO)